

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

12 **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

21 Anmeldenummer: 86111548.3

22 Anmeldetag: 20.08.86

51 Int. Cl.<sup>4</sup>: **C 07 C 29/17**  
**C 07 C 31/125, C 07 C 45/50**  
**C 07 C 47/02, C 07 C 45/82**  
**C 07 C 45/74, C 07 C 47/21**

30 Priorität: 29.08.85 DE 3530839

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
01.04.87 Patentblatt 87/14

64 Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

71 Anmelder: Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Bruchstrasse 219  
D-4200 Oberhausen 11(DE)

72 Erfinder: Kessen, Gunther, Dr. Dipl.-Chem.  
Vennstrasse 6  
D-4200 Oberhausen 11(DE)

72 Erfinder: Cornils, Boy, Dr. Dipl.-Chem.  
Kirschgartenstrasse 6  
D-6238 Hofheim(DE)

72 Erfinder: Hibbel, Josef, Dipl.-Ing.  
Bruchsteg 13  
D-4200 Oberhausen 11(DE)

72 Erfinder: Bach, Hanswilhelm, Dr. Dipl.-Chem.  
Alleestrasse 56  
D-4100 Duisburg 11(DE)

72 Erfinder: Gick, Wilhelm, Dr. Dipl.-Chem.  
Im Buschhuck 8  
D-4100 Duisburg 74(DE)

72 Erfinder: Wiebus, Ernst  
Ferdinandstrasse 77  
D-4200 Oberhausen 14(DE)

72 Erfinder: Zgorzelski, Wolfgang, Chem.-Ing.  
Westmarkstrasse 34  
D-4200 Oberhausen 11(DE)

74 Vertreter: Reichelt, Karl-Heinz, Dr.  
Ruhrchemie Aktiengesellschaft Postfach 13 01 60  
D-4200 Oberhausen 11(DE)

64 **Verfahren zur Herstellung von 2-Ethylhexanol**

67 Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Ethylhexanol. Hierbei wird Propen in Gegenwart eines Rhodium und sulfonierte Triarylphosphine enthaltenden, in Wasser gelösten Katalysators hydroformyliert, aus dem Reaktionsgemisch werden die niedriger als n-Butanal siedenden Anteile destillativ abgetrennt, der im wesentlichen aus n-Butanal bestehende Destillationsrückstand wird in Gegenwart wäßrigen Alkalis aldolisiert und das resultierende 2-Ethylhexenal wird zunächst in der Gasphase und anschließend in flüssiger Phase an einem fest angeordneten Hydrierkatalysator zu 2-Ethylhexanol umgesetzt.

0216151

Oberhausen 11, 27.08.85

PLD bin-frch R 1987

Ruhrchemie Aktiengesellschaft, Oberhausen 11

Verfahren zur Herstellung von 2-Ethylhexanol

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Ethylhexanol.

Die technische Herstellung von 2-Ethylhexanol erfolgt üblicherweise aus Propen. Durch Hydroformylierung des Olefins erhält man ein n-Butanal enthaltendes Reaktionsgemisch, aus dem durch Destillation reines n-Butanal gewonnen wird. Anschließend aldolisiert man n-Butanal zum entsprechenden Butyraldol, aus dem sich durch Wasserabspaltung bei erhöhter Temperatur 2-Ethylhexenal bildet.

10 In Gegenwart geeigneter Hydrierkatalysatoren wird der ungesättigte Aldehyd zu 2-Ethylhexanol hydriert, das man mittels einer mehrstufigen Destillation reinigt.

2-Ethylhexanol wird/in großen Mengen zur Herstellung von Dioctylphtahalat, einem bevorzugten Weichmacher für Polyvinylchlorid, verwendet. An den Weichmacher werden erhebliche Anforderungen bezüglich Farbe und Reinheit gestellt. Aus diesem Grunde muß auch das 2-Ethylhexanol hohen Qualitätsanforderungen genügen. Daher ist es erforderlich, bereits das als Einsatzmaterial in die Aldolisierung verwendete n-Butanal in reiner Form zu gewinnen.

15 20

Bei der Hydroformylierung von Propen fällt neben dem erwünschten n-Butyraldehyd auch i-Butyraldehyd an. Es ist zwar bekannt, durch Wahl der Reaktionsbedingungen, wie Art und Zusammensetzung des verwendeten Katalysators, Druck, Temperatur und Verweilzeit, die Zusammensetzung des Hydroformylierungsgemisches zu beeinflussen. Es ist aber nicht möglich, die Bildung von i-Butanal gänzlich zu unterbinden.

25

. . .

Das im Hydroformylierungsgemisch stets vorhandene 1-Butanal stört bei der Herstellung von 2-Ethylhexanol, da es selbst in kleinen Mengen dessen Qualität ungünstig beeinflusst. Daher ist es notwendig, das 1-Butanal und alle anderen Nebenprodukte aus dem Hydroformylierungsprodukt zu entfernen, so daß reines n-Butanal als Ausgangsmaterial für die Aldolisierung zur Verfügung steht.

In American Chemical Society Symp. Ser. 1981 (Monohydric Alcohols), 159, S. 71 - 85, ist ein Verfahren zur Herstellung von 2-Ethylhexanol beschrieben. Die Hydroformylierung von Propen verläuft bei relativ niedrigem Druck in Gegenwart eines Rhodium und überschüssiges Triphenylphosphin enthaltenden Katalysators. Das rohe Hydroformylierungsgemisch wird mittels zweier Destillationskolonnen in drei Fraktionen aufgetrennt.

Über Kopf der ersten Kolonne zieht man i-Butyraldehyd und leichter als n-Butanal siedende Stoffe ab. In der zweiten Kolonne trennt man über Kopf reines n-Butanal ab und entfernt mit dem Sumpfprodukt die Höhersieder. Die anschließende Aldolisierung des n-Butanals erfolgt unter Verwendung wäßriger Natronlauge bei Temperaturen von 110 bis 120 °C, die Verweilzeit beträgt ungefähr 60 Sek.

Im Verlauf dieser Umsetzung wird aus n-Butanal unter Abspaltung von Wasser 2-Ethylhexenal, das untergeordnete Mengen n-Butanal, trimeres n-Butanal und 2-Ethylhexenal enthält, gebildet.

Das in Wasser unlösliche 2-Ethylhexenal wird zusammen mit geringen Mengen Nebenprodukten von der wäßrigen Lauge, die in die Aldolisierung zurückgeführt werden

. . . .

kann, abgetrennt. Anschließend wird das rohe 2-Ethylhexenal zu 2-Ethylhexanol hydriert und destillativ gereinigt.

- Die bekannten Verfahren lassen eine weitere Erhöhung
- 5 der Wertproduktausbeute allenfalls in sehr geringem Umfang zu. Dennoch ist man bestrebt, die 2-Ethylhexanol-Ausbeute weiter zu steigern, da 2-Ethylhexanol ein technisches Großprodukt ist und schon kleine Ausbeuteerhöhungen erhebliche wirtschaftliche Vorteile ergeben.
- 10 Die bislang unumgängliche Reingewinnung des n-Butanals durch zweistufige Destillation ist mit Nachteilen behaftet. Sie bestehen zum einen in dem hohen Destillationsaufwand und zum anderen in der möglichen Bildung von Höhersiedern, die durch Kondensation aus dem reaktiven
- 15 n-Butyraldehyd entstehen. Je stärker das Hydroformylierungsprodukt während der destillativen Aufarbeitung thermisch belastet wird, desto höher sind die Verluste an n-Butanal.

- Es bestand daher die Aufgabe, ein Verfahren zu entwickeln,
- 20 das es gestattet, die Abtrennung des für die Aldolkondensation benötigten n-Butanals zu vereinfachen, die Ausbeute an 2-Ethylhexanol zu erhöhen und zugleich die erforderliche hohe Qualität des 2-Ethylhexanols zu gewährleisten.

- 25 Diese Aufgabe wird gelöst durch ein Verfahren zur Herstellung von 2-Ethylhexanol durch Umsetzung von Propen mit Kohlenmonoxid und Wasserstoff in Gegenwart eines Rhodium und organische Phosphine enthaltenden Katalysators, Trennung des n-Butanals und i-Butanals, Al-
- 30 dolisierung des n-Butanals zu 2-Ethylhexenal, Hydrierung des 2-Ethylhexenals zu 2-Ethylhexanol und Destillation,

. . .

- dadurch gekennzeichnet, daß Propen in Gegenwart eines Rhodium und sulfonierte Triarylphosphine enthaltenden, in Wasser gelösten Katalysators umgesetzt wird, aus dem Reaktionsgemisch die niedriger als n-Butanal siedenden
- 5 Anteile destillativ abgetrennt werden, der im wesentlichen aus n-Butanal bestehende Destillationsrückstand in Gegenwart wäßrigen Alkalis aldolisiert und das resultierende 2-Ethylhexenal zunächst in der Gasphase und anschließend in flüssiger Phase an einem fest angeordneten
- 10 Hydrierkatalysator mit Wasserstoff zu 2-Ethylhexanol umgesetzt wird.

- Die Herstellung von n-Butanal erfolgt durch Hydroformylierung von Propen in Gegenwart eines Rhodium und sulfonierte Triarylphosphine enthaltenden, in Wasser
- 15 gelösten Katalysatorsystems. Diese Umsetzung ist in der Patentschrift DE 26 27 354 C3 beschrieben. Hierbei werden Temperaturen von 50 bis 120 °C angewandt.

Die DE 32 34 701 A1 nennt für die Umsetzung von Olefinen einen Temperaturbereich von 90 bis 150 °C.

- 20 In Anlehnung an die in den vorstehend genannten Patentschriften angegebenen Reaktionsbedingungen haben sich bei der Hydroformylierung von Propen Temperaturen von 50 bis 140 °C, insbesondere von 70 bis 130 °C, bevorzugt von 90 bis 125 °C, und Drücke von 0,1 bis 30 MPa, insbesondere von 0,5 bis 10 MPa, bevorzugt von 1 bis 6 MPa,
- 25 bewährt. Das molare Verhältnis Rhodium zu sulfoniertem Triarylphosphin beträgt 1 : 3 bis 1 : 300, insbesondere 1 : 5 bis 1 : 250, bevorzugt 1 : 10 bis 1 : 200; das Volumverhältnis organische Phase zu Wasserphase liegt bei
- 30 1 : 1 bis 1 : 100, insbesondere 1 : 4 bis 1 : 40, bevorzugt 1 : 7 bis 1 : 25.
- . . . .

Nach einer bevorzugten Ausführungsform verwendet man sulfoniertes Triphenylphosphin als sulfoniertes Triarylphosphin.

- Aus dem von Kohlenmonoxid, Wasserstoff, Propan und
- 5 Propen weitgehend befreiten Hydroformylierungsgemisch werden in einer Destillationskolonne mit 100 bis 120 theoretischen Böden sämtliche niedriger als n-Butanal siedenden Bestandteile einschließlich des i-Butanals über Kopf abdestilliert.
- 10 Man erhält als Sumpfprodukt ein Gemisch, das neben n-Butanal noch 1 bis 3 Gew.-% (bezogen auf n-Butanal) n-Butanol, i-Butanol, Aldole, die sich von n-Butanal und/oder i-Butanal ableiten, sowie Höhersieder enthält. Es kann ohne weitere Reinigung aldolisiert werden.
- 15 Dabei verbleiben alle höher als n-Butanal siedenden Verbindungen im n-Butanal.

- Die Aldolisierung erfolgt in Gegenwart verdünnter, wäßriger Alkalihydroxidlösungen. Hierbei bildet sich zunächst das entsprechende Butyraldol, aus dem unter
- 20 Wasserabspaltung 2-Ethylhexenal entsteht. Die Reaktion läuft bei 80 bis 170 °C, insbesondere 90 bis 160 °C, bevorzugt 130 bis 150 °C, ab. Entsprechend der jeweils angewendeten Temperatur stellt sich der Druck ein. Er liegt etwa bei 0,1 bis 0,7 MPa. Die Reaktionszeit be-
- 25 trägt 0,2 bis 5 Min., insbesondere 0,5 bis 4 Min., bevorzugt 1 bis 3 Min. Die wäßrige Alkalihydroxidlösung weist eine Konzentration von 0,5 bis 5 Gew.-%, insbesondere 0,8 bis 4 Gew.-%, bevorzugt 1 bis 2 Gew.-% Alkalihydroxid auf.
- 30 Für eine intensive Durchmischung des n-Butanals und der wäßrigen Alkalilösung muß gesorgt werden. Dazu kann beispielsweise ein Rührwerkbehälter oder eine Mischpumpe, der
- . . . .

eine Mischstrecke nachgeschaltet ist, Anwendung finden.

Nach der Aldolisierung wird abgekühlt und das gebildete, in Wasser weitgehend unlösliche 2-Ethylhexenal von der wäßrigen, alkalihaltigen Phase abgetrennt. Das rohe  
5 2-Ethylhexenal wird anschließend hydriert. Die abgetrennte, wäßrige Alkaliphase kann in die Aldolisierung zurückgeführt werden. Um den Verbrauch an Alkali zu ergänzen, setzt man gleichzeitig mit dem frischen n-Butanal Alkali, z.B. in Form einer 20 %-igen, wäßrigen  
10 Lösung, der Aldolisierungsreaktion zu.

Da eine einstufige Hydrierung des rohen 2-Ethylhexenals weder in flüssiger Phase noch in der Gasphase zu der erforderlichen Produktqualität führt, wird die Hydrierung des rohen 2-Ethylhexenals in zwei aufeinanderfolgenden  
15 Stufen durchgeführt. Zunächst wird das 2-Ethylhexenal in der Gasphase, dann in der Flüssigphase hydriert. Die Hydrierung kann in Gegenwart von Lösungsmitteln erfolgen. Geeignete Lösungsmittel sind: Kohlenwasserstoffe, Alkohole oder arteigenes Produkt. Es ist allerdings auch  
20 möglich, auf den Einsatz eines Lösungsmittels zu verzichten.

Für die Hydrierung in der Gasphase verwendet man kupferhaltige Katalysatoren, die 40 bis 75 Gew.-%, insbesondere 50 bis 70 Gew.-%, bevorzugt 55 bis 65 Gew.-% Kupfer, be-  
20 zogen auf die gesamte Katalysatormasse, besitzen. Die Temperaturen liegen bei 110 bis 180 °C, insbesondere 130 bis 170 °C, bevorzugt 140 bis 165 °C. Der Druck stellt sich entsprechend der Temperatur ein.

Als Trägermaterial findet Bimsstein, Aluminiumoxid, Kieselerde, Tonerde und SiO<sub>2</sub> in seinen verschiedenen Erschei-  
25

. . .



nungsformen Anwendung. Als Aktivator dienen Erdalkali, Aluminium, Zink und/oder Chrom enthaltende Verbindungen.

Die Raumgeschwindigkeit (flüssiges Produktvolumen: Schüttvolumen des Katalysators x Stunde) beträgt 0,2 bis 0,6, insbesondere 0,3 bis 0,5, bevorzugt 0,35 bis 0,45 je Stunde.

Der Umsatz und Selektivität betragen jeweils mehr als 99 %.

Die zweite Hydrierung wird anschließend in flüssiger Phase an einem nickelhaltigen Katalysator durchgeführt. Die Temperaturen liegen bei 100 bis 180 °C, insbesondere 120 bis 140 °C, bevorzugt 125 bis 135 °C. Der Druck beträgt 1 bis 10 MPa, insbesondere 1,5 bis 5 MPa, bevorzugt 2,0 bis 3,0 MPa. Der Katalysator weist 40 bis 70 Gew.-%, insbesondere 45 bis 65 Gew.-%, bevorzugt 55 bis 62 Gew.-% Nickel bezogen auf die gesamte Katalysatormasse, auf. Als Trägermaterial werden Bimsstein, Aluminiumoxid, Kieselerde und Tonerde und SiO<sub>2</sub> in seinen verschiedenen Erscheinungsformen verwendet. Als Aktivator dienen Erdalkali, Aluminium, Zink und/oder Chrom enthaltende Verbindungen.

Die Raumgeschwindigkeit (flüssiges Produktvolumen: Schüttvolumen des Katalysators x Stunde) beträgt 0,5 bis 1,5, insbesondere 0,8 bis 1,3, bevorzugt 0,8 bis 1,1 je Stunde.

Umsatz und Selektivität sind nahezu quantitativ.

Das hydrierte Produkt wird destilliert.

Das Reinprodukt zeichnet sich durch hervorragende Eigenschaften (gute Farbe und Farbbeständigkeit), wie für

die Herstellung von Weichmachern erforderlich, aus. \_

Die vorliegende Erfindung wird durch die nachfolgenden Beispiele näher beschrieben:

### Hydroformylierung von Propylen

- 5 1 Volum-Teil Propylen wird mit 8,75 Volum-Teilen der Rhodium und sulfoniertes Triphenylphosphin enthaltenden wäßrigen Lösung/h ( $\sim 400$  mg Rh/l, 300 g Triphenylphosphin-trisulfonat) zusammengebracht.

- 10 Das organische Produkt verläßt nach Hydroformylierung das Reaktorsystem und wird von der wäßrigen Katalysatorphase abgetrennt. Die wäßrige Katalysatorlösung wird in die Hydroformylierung zurückgeführt.

- |    |               |                                  |
|----|---------------|----------------------------------|
| 15 | Temperatur :  | 115 bis 125 °C                   |
|    | Druck :       | 50 bar CO/H <sub>2</sub> = 1 : 1 |
|    | Verweilzeit : | $\sim 30$ Min.                   |

Das Rohprodukt enthält

i-C <sub>4</sub> -Aldehyd :	5,0 Gew.-%
n-C <sub>4</sub> -Aldehyd :	94,0 "
Hölersieder :	1,0 "

- 20 Destillation des bei der Hydroformylierung anfallenden Rohgemisches:

Das organische Material wird mittels einer Destillationskolonne mit 100 theoretischen Böden aufgetrennt.

. . .

Druck : 50 bis 80 kPa  
 Temperatur : Kopf : 60 bis 70 °C  
 Sumpf: 90 bis 100 °C

Produktzusammensetzung:

5 a) Kopfprodukt:

i-C <sub>4</sub> -Aldehyd	99,9 Gew.-%
n-C <sub>4</sub> -Aldehyd	0,1 "

b) Sumpfprodukt:

10	i-Butanol	0,2 Gew.-%
	n-Butanal	98,8 %

n-Butanol	}	1,0	%
i-Butanol			
Aldole			
Höhsiedler			

15 Aldolisierung des n-Butanals

1 000 Teile n-Butanal

10 Teile wäßrige Natronlauge (20 Gew.-%)

3 Min. Verweilzeit.

20 Aldehyd und Natronlauge werden einer Mischpumpe zugeleitet, dort vermischt und in eine nachgeschaltete Mischstrecke geleitet. Die Temperatur beträgt 130 bis 150 °C. Nach Verlassen der Mischstrecke wird das Produktgemisch abgekühlt und eine Phasentrennung bei etwa 60 °C durchgeführt. Die separierte wäßrige Phase, die etwa 1 bis 2

112000

0216151

R 1987

- 10 -

Gew.-% NaOH aufweist, wird in die Aldolisierung zurückgeführt, während die organische Phase, die mehr als 93 Gew.-% 2-Ethylhexenal enthält, der Hydrierung zugeführt wird.

## 5 Hydrierung von 2-Ethylhexenal zu 2-Ethylhexanol

Die Hydrierung des ungesättigten Aldehyds zu 2-Ethylhexanol erfolgt in zwei aufeinander folgenden Schritten: Zunächst gelangt das rohe 2-Ethylhexenal in einen Erhitzer, in dem es verdampft und an einem festangeordneten Hydrierkatalysator hydriert wird.

Im vorliegenden Beispiel wird ein Kupferkatalysator Cu 60/35 (ein Handelsprodukt der Hoechst AG) mit  $\text{SiO}_2$  als Träger verwendet, der ca. 60 Gew.-% Cu und ca. 10 Gew.-%  $\text{SiO}_2$  enthält.

15	Temperatur :	140 bis 160 °C
	Raumgeschwindigkeit :	0,4 (Volumen des flüssigen Produktes/Schüttvolumen Katalysator x Stunde)
20	Druck :	stellt sich entsprechend der gewählten Temperatur ein

Der zweite Hydrierschritt erfolgt zweckmäßigerweise in flüssiger Phase an einem nickelhaltigen Katalysator Ni 55/5, der etwa 55 bis 60 Gew.-% Ni, bezogen auf gesamte Katalysatormasse, aufweist. Als Träger dienen  
5 ca. 30 Gew.-% SiO<sub>2</sub>. Bei diesem Hydrierkatalysator handelt es sich um ein Handelsprodukt der Hoechst AG.

10 Temperatur : 120 bis 140 °C  
Druck : 2 bis 2,5 MPa  
Raumgeschwindigkeit : 0,8 bis 1,1.

Die abschließende Reindestillation erfolgt in bekannter Weise mittels dreier Destillationskolonnen. In der ersten Kolonne werden die niedriger als 2-Ethylhexanol  
15 siedenden Komponenten abgetrennt, in der zweiten Kolonne über Kopf reines 2-Ethylhexanol gewonnen, während die dritte Kolonne zur Abtrennung von wiedereinsatzbarem Nachlauf dient.

Die Ausbeute beträgt 97,74 % der Theorie, bezogen auf  
20 n-Butanal. Trennt man jedoch das n-Butanal vor Einsatz in der Aldolisierung von den Höhersiedern ab und arbeitet wie in den vorstehenden Beispielen beschrieben, so ergibt sich lediglich eine Ausbeute von 96,77 % der Theorie, bezogen auf n-Butanal.

Oberhausen 11, 27.08.85

PLD bin-frch

R 1987

0216151

Ruhrchemie Aktiengesellschaft, Oberhausen 11

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Herstellung von 2-Ethylhexanol durch  
Umsetzung von Propen mit Kohlenmonoxid und Wasser-  
stoff in Gegenwart eines Rhodium und organische  
Phosphine enthaltenden Katalysators, Trennung des  
n-Butanals und i-Butanals, Aldolisierung des n-  
Butanals zu 2-Ethylhexenal, Hydrierung des  
2-Ethylhexenals zu 2-Ethylhexanol und Destillation,  
dadurch gekennzeichnet, daß Propen in Gegenwart  
eines Rhodium und sulfonierte Triarylphosphine ent-  
haltenden, in Wasser gelösten Katalysators umge-  
setzt wird, aus dem Reaktionsgemisch die niedriger  
als n-Butanal siedenden Anteile destillativ abge-  
trennt werden, der im wesentlichen aus n-Butanal  
bestehende Destillationsrückstand in Gegenwart  
wäßrigen Alkalis aldolisiert und das resultierende  
2-Ethylhexenal zunächst in der Gasphase und an-  
schließend in flüssiger Phase an einem fest angeord-  
neten Hydrierkatalysator mit Wasserstoff zu  
2-Ethylhexanol umgesetzt wird.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet,  
daß die Umsetzung des Propens mit Kohlenmonoxid und  
Wasserstoff bei Temperaturen von 50 bis 140 °C,  
Drücken von 0,1 MPa bis 30 MPa, einem molaren Ver-

hältnis Rhodium zu sulfoniertem Triarylphosphin von 1 : 3 bis 1 : 300 und einem Volumverhältnis organische Phase zu Wasserphase von 1 : 1 bis 1 : 100 erfolgt.

- 5 3.) Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Abtrennung der niedriger als n-Butanal siedenden Anteile in einer Destillationskolonne mit 100 bis 120 theoretischen Böden erfolgt und das sämtliche höher als n-Butanal siedende Anteile enthaltende n-Butanal aus dem Sumpf der Destillationskolonne abgezogen wird.
- 10 4.) Verfahren nach Anspruch 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Aldolisierung in Gegenwart wäßriger Lösungen von LiOH, NaOH oder KOH mit 0,5 bis 5 Gew.-% Alkali, bezogen auf die wäßrige Lösung erfolgt, die Temperatur 100 bis 170 °C und die Verweilzeit des n-Butanal-haltigen Destillationsrückstandes 0,2 bis 5 Min. beträgt.
- 15 5.) Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß das Aldolisierungsprodukt 2-Ethylhexenal in der Gasphase an einem kupferhaltigen Katalysator bei Temperaturen von 110 bis 180 °C und Drücken von 0,05 bis 0,5 MPa hydriert wird.
- 20 6.) Verfahren nach Anspruch 5, dadurch gekennzeichnet, daß der kupferhaltige Katalysator 40 bis 75 Gew.-% Kupfer, bezogen auf die gesamte Katalysatormasse, enthält.
- 25

. . .

7.) Verfahren nach Anspruch 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß das die Gasphasenhydrierung verlassende Reaktionsgemisch in flüssiger Phase an einem nickelhaltigen Katalysator bei Temperaturen von 100 bis 180 °C und Drücken von 1 bis 10 MPa nachhydriert wird.

5

8.) Verfahren nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß der für die Hydrierung in flüssiger Phase verwendete Katalysator 40 bis 70 Gew.-% Nickel, bezogen auf die gesamte Katalysatormasse, enthält.

10



(19)



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

(11) Veröffentlichungsnummer:

**0 216 151**  
**A3**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 86111548.3

(22) Anmeldetag: 20.08.86

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: **C 07 C 29/17**  
C 07 C 31/125, C 07 C 45/50  
C 07 C 47/02, C 07 C 45/82  
C 07 C 45/74, C 07 C 47/21

(30) Priorität: 29.08.85 DE 3530839

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
01.04.87 Patentblatt 87/14

(88) Veröffentlichungstag des später  
veröffentlichten Recherchenberichts: 29.03.89

(84) Benannte Vertragsstaaten:  
AT BE CH DE FR GB IT LI LU NL SE

(71) Anmelder: HOECHST AKTIENGESELLSCHAFT  
Postfach 80 03 20  
D-6230 Frankfurt am Main 80(DE)

(72) Erfinder: Kessen, Gunther, Dr. Dipl.-Chem.  
Vennstrasse 6  
D-4200 Oberhausen 11(DE)

(72) Erfinder: Cornils, Boy, Dr. Dipl.-Chem.  
Kirschgartenstrasse 6  
D-6238 Hofheim(DE)

(72) Erfinder: Hibbel, Josef, Dipl.-Ing.  
Bruchsteg 13  
D-4200 Oberhausen 11(DE)

(72) Erfinder: Bach, Hanswilhelm, Dr. Dipl.-Chem.  
Alleestrasse 56  
D-4100 Duisburg 11(DE)

(72) Erfinder: Gick, Wilhelm, Dr. Dipl.-Chem.  
Im Buschhuck 8  
D-4100 Duisburg 74(DE)

(72) Erfinder: Wiebus, Ernst  
Ferdinandstrasse 77  
D-4200 Oberhausen 14(DE)

(72) Erfinder: Zgorzelski, Wolfgang, Chem.-Ing.  
Westmarkstrasse 34  
D-4200 Oberhausen 11(DE)

(54) Verfahren zur Herstellung von 2-Ethylhexanol.

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von 2-Ethylhexanol. Hierbei wird Propen in Gegenwart eines Rhodium und sulfonierte Triarylphosphine enthaltenden, in Wasser gelösten Katalysators hydroformyliert, aus dem Reaktionsgemisch werden die niedriger als n-Butanal siedenden Anteile destillativ abgetrennt, der im wesentlichen aus n-Butanal bestehende Destillationsrückstand wird in Gegenwart wässrigen Alkalis aldolisiert und das resultierende 2-Ethylhexenal wird zunächst in der Gasphase und anschließend in flüssiger Phase an einem fest angeordneten Hydrierkatalysator zu 2-Ethylhexanol umgesetzt.

EP 0 216 151 A3



Europäisches  
Patentamt

# EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0216151

Nummer der Anmeldung

EP 86 11 1548

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.4)
X,Y	FR-A-2 314 910 (RHONE-POULENC IND.) * Ansprüche; & DE-A-2 627 354 (Kat. D) *	1,2	C 07 C 29/17 C 07 C 31/125 C 07 C 45/50 C 07 C 47/02
D	---		C 07 C 45/82 C 07 C 45/74 C 07 C 47/21
X,Y	FR-A-1 563 043 (U. KUHLMANN) * Ansprüche 3,4; Seite 3 *	1,3,4	
X,Y	DE-A-1 913 198 (ORLICEK) * Ansprüche 1,4; Seite 2, Zeilen 16-19; Seite 5, Zeilen 1-4 *	1,3	
X,Y	EP-A-0 052 999 (MONSANTO CO) * Ansprüche 1,9,10; Seite 9 *	1,2,3,4	
X,Y	CHEMICAL ABSTRACTS, Band 80, 1974, Seite 326, Ref.Nr. 82068s, Columbus, Ohio, US; & SU-A-406 823 (K.A. ALEKSEEVA et al.) 21-11-1973	1,5-8	
X,Y	GB-A-1 158 269 (CHEMISCHE WERKE HULS) * Ansprüche; Beispiel 2 *	1,5-8	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)
Y	HYDROCARBON PROCESSING, Band 59, Nr. 11, 1980, Seite 93-102; B. CORNILS et al.: "2-EH: What you should know" * Seiten 95,96,97,100 *	1-8	C 07 C 45/00 C 07 C 47/00
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 20-12-1988	Prüfer BONNEVALLE E.I.H.
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus andern Gründen angeführtes Dokument ----- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 150 01.82 (P0603)